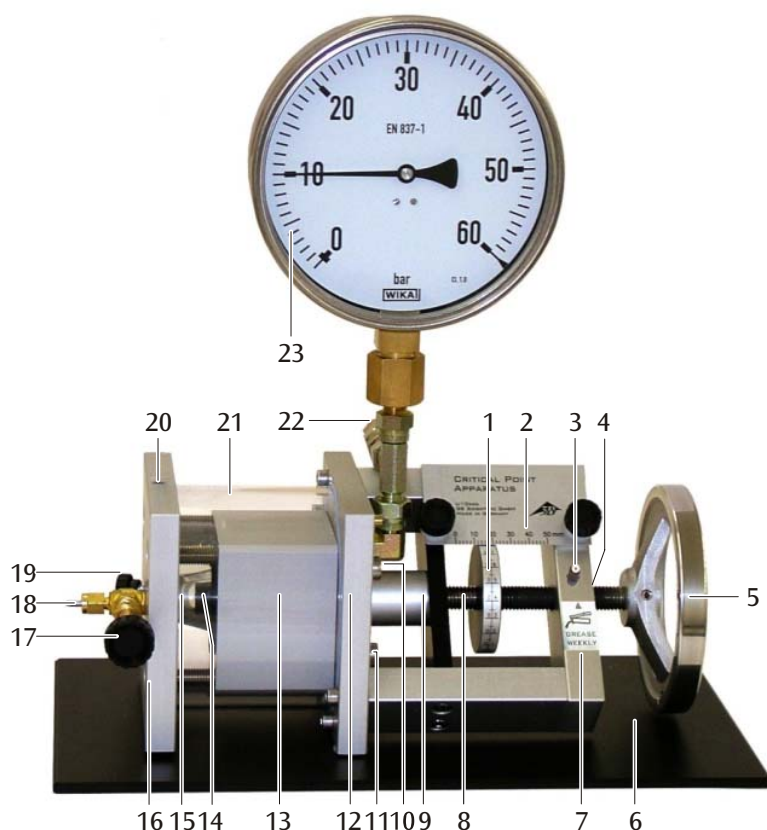
# 3B SCIENTIFIC® PHYSICS

## Aparelhagem para o ponto crítico 1002670

### Instruções para o uso

01/13 MH/JS

1 Escala em rotação simultânea
2 Escala fixa
3 Bico de lubrificação
4 Bucha de rosca
5 Roda manual
6 Placa de apoio
7 Braçadeira (arco)
8 Eixo com passo e pistão
9 Proteção do pistão
10 Evacuação para o meio de regulação térmica
11 Entrada para o meio de regulação térmica
12 Placa base
13 Cilindro
14 Junta
15 Célula de medição
16 Placa válvula
17 Válvula reguladora
18 Conectores para gás de 1/8" (para galões de gás Minican®)
19 Válvula de enxágüe
20 Orifício para o sensor de temperatura
21 Manto de regulação térmica
22 Válvula de segurança
23 Manômetro (indicador de sobre pressão)

## 1. Conteúdo do manual de instruções

O aparelho para o ponto crítico é fornecido com óleo hidráulico, porém, sem estar preenchido com gás de teste.

Antes de preencher com gás de teste deve ser efetuada uma calibragem do volume, com ar como gás ideal, conforme o parágrafo 6.

O próprio preenchimento com gás de teste está descrito no parágrafo 7.

Pesquisas experimentais estão explicadas no parágrafo 8.

O parágrafo 9 fornece indicações para o armazenamento por períodos mais longos.

Por causa da inevitável difusão de gás de teste pela junta chapéu, deve-se conseqüentemente liberar o gás da hidráulica, conforme o parágrafo 10, após um longo armazenamento ou vai-se armazenar o aparelho sem gás de teste.

A bucha de rosca na braçadeira tem que ser lubrificada regularmente com graxa e verificada em períodos maiores. Isto esta descrito no parágrafo 11.

Os trabalhos de manutenção descritos no parágrafo 12 só são necessários quando as partes de borracha não estejam mais cumprindo a sua função por causa do envelhecimento.

## 2. Indicações de segurança

Se for utilizada para os fins previstos, a operação do aparelho para o ponto crítico não representa perigo, já que o experimentador e o aparelho estão protegidos por uma válvula de segurança. No entanto, existem algumas regras de segurança a serem observadas:

- Ler cuidadosamente o manual na sua totalidade.
- Não ultrapassar o valor máximo permitido para a pressão e a temperatura (60 bar e 10–60°C).
- Só operar o aparelho sob custódia.
- Usar os óculos de proteção.

Um aumento da temperatura só pode ser efetuado com pouca pressão e sempre que possível numa fase puramente gasosa na célula de medição.

- Antes de aumentar a temperatura, girar a roda manual até o volume máximo.

Durante o ajuste, a válvula de segurança não deve apontar para pessoas ou para objetos que possam ser danificados ou destruídos por um estouro da tampa de segurança. Mesmo no caso de uma experiência comum, a direção da válvula deve ser levada em conta:

- Instalar sistematicamente o aparelho de modo que a válvula de segurança não aponte para pessoas ou para objetos que possam ser danificados ou destruídos.
- Para o ajuste da válvula de segurança abraçar o aparelho pela frente para pegar na válvula atrás.

A junta será destruída em caso de sobrecarga:

- Nunca ajustar uma pressão acima de 5 bar se a válvula de regulagem ou a válvula de enxágüe estiverem abertas, ou seja, sem que haja pressão contrária do gás na célula de medição.
- Nunca criar uma pressão negativa com as válvulas fechadas girando para trás a roda manual.

Na braçadeira (arco) encontra-se uma bucha de rosca, que tem que ser classificada como sendo uma peça relevante para a segurança. (ver parágrafo 9).

- Lubrificar a bucha de rosca a cada 100 ciclos.
- Verificar a bucha de rosca uma vez por ano.

Para evitar danos por corrosão no aparelho,

- Utilizar uma mistura de água com um agente de proteção para refrigeração na relação de 2:1 como meio  temperador.

Somente para $SF_6$ como gás real e nitrogênio como gás ideal.

## 3. Descrição

O aparelho de ponto crítico permite a pesquisa da compressibilidade e capacidade de liquefação de um gás, a determinação do ponto crítico e o registro das isotérmicas do diagrama p-V (diagrama de Clapeyron). Como gás de testes é utilizado o hexa-fluorido sulfúrico ($SF_6$), que com uma temperatura crítica de 318,6 K (45,5°C) e uma pressão crítica de 3,76 MPa (37,6 bar) permite uma experiência simples.

O aparelho contém uma célula de medição transparente de fabricação particularmente densa e resistente à pressão. O volume na célula de medição é alterado por giro da roda manual com possibilidade de dosagem fina, sendo que a mudança do volume pode ser lida com uma precisão de 1/1000 do volume máximo numa escala fixa e outra giratória. A pressão é produzida por um sistema hidráulico á óleo de rícino, numa qualidade correspondente ao padrão de material médico. A célula de medição e o sistema hidráulico estão separados por uma junta que se enrola em caso de aumento do volume. Por meio dessa construção a diferença de pressão entre a célula de medição e o local do óleo é praticamente desprezível. Um manômetro mede a pressão do óleo em vez da do gás, sem, porém ocupar um volume perdido na célula de medição. Ao se observar as passagens da fase gasosa para a fase líquida e vice-versa, pode ser observado como surge a primeira gotinha de água como também o desaparecimento da última bolha de gás.

A célula de medição está envolta por uma câmara de água transparente. Graças a um termostato de circulação pode ser ajustada uma temperatura constante com grande precisão, sendo que a temperatura pode ser lida e controlada por meio de um termômetro.

As boas qualidades na leitura do volume, da pressão e da temperatura permitem o registro de diagramas *p-V* ou diagramas *pV-p* sem grande esforço e com resultados qualitativos corretos. Com uma correção do volume em função da pressão e da temperatura podem ser também obtidos resultados quantitativos corretos, que suportam uma comparação com os valores encontrados na literatura.

## 4. Fornecimento

1 aparelho de ponto crítico, preenchido com óleo hidráulico (óleo de rícino), porém sem gás de teste (SF6), com conectores para o gás já montados para a conexão com o galão de gás MINICAN®, assim como a proteção para o conector de gás.
1 dispositivo de abastecimento com gás
1 chave para parafusos hexagonal de 1,3 mm (para o parafuso da escala rotativa)
1 mangueira de plástico de 3 mm de diâmetro interno
1 Aparafusamento para tubo de 1/8" (SW 11)
1 Bomba de graxa

## 5. Dados técnicos

**Hexafluorido sulfúrico:**

| | |
|---|---|
| Temperatura crítica: | 318,6 K (45,5°C) |
| Pressão crítica: | 3,76 MPa (37,6 bar) |
| Volume crítico: | 197,4 cm³/Mol |
| Densidade crítica: | 0,74 g/Mol |

**Valores máximos:**

| | |
|---|---|
| Faixa de temperatura: | 10–60°C |
| Pressão máxima: | 6,0 MPa (60 bar) |
| Valor limite da válvula de segurança: | 6,3 MPa (63 bar) |
| Solidez permanente teórica: | 7,0 MPa (70 bar) |
| Pressão de rompimento teórica: | >20,0 MPa (200 bar) |

**Materiais:**

| | |
|---|---|
| Gás experimental: | hexafluorido sulfúrico |
| Óleo da hidráulica: | óleo de rícino |
| Célula de medição: | acrílico transparente |
| Manto de regulação: | acrílico transparente |
| Meio para temperatura recomendado: | mistura de água e agente de proteção de refrigeração na relação de 2:1 |

**Determinação do volume:**

| | |
|---|---|
| Diâmetro do pistão: | 20,0 mm |
| Superfície do pistão: | 3,14 cm² |
| Volume deslocado: | 3,14 cm² × percurso de ajuste |
| Volume máximo: | 15,7 cm³ |
| Divisão de escala para distância de deslocam.: | 0,05 mm |
| Distância máxima de deslocamento: | 50 mm |

**Determinação da pressão:**

| | |
|---|---|
| Manômetro: | classe 1.0 (máx. 1% de desvio do valor final da escala) |
| Grandeza de medição: | sobre pressão |
| Indicação: | até 60 bar |
| Diâmetro do manômetro: | 160 mm |

**Conexões:**

| | |
|---|---|
| Perfuração para sensor de temperatura: | 6 mm ∅ |
| Conexões para regulador térmico: | 7 mm ∅ |
| Conexão da válvula de redução: | 1/8 pol. ∅ |
| Conexão gás: | 1/8” (3,17 mm) ∅ (conforme versão) |

**Dados gerais:**

| | |
|---|---|
| Dimensões: | 380 x 200 x 400 mm³ |
| Massa: | aprox. 7 kg |

## 6. Calibragem do volume

### 6.1 Nota prévia:

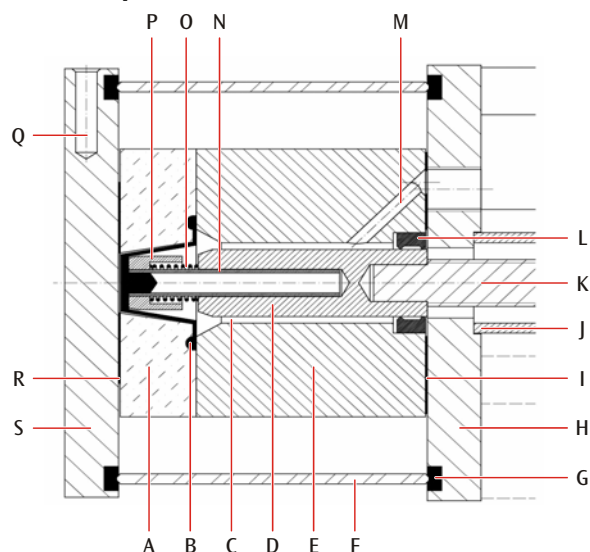



Fig. 1: Corte do aparelho com célula de medição (A), junta chapéu (B), reservatório de óleo (C), pistão (D), cilindro (E), manto de regulação térmica (F), junta de silicone (G), placa base (H), junta de borracha quadrada (I), proteção do pistão (J), barra de passo (K), junta em anel (L), conexão do manômetro (M), tubo de introdução (N), mola (O), casquilho (P), perfuração para o sensor de temperatura (Q), junta de borracha redonda (R) e placa de válvula (S)

Um giro na roda de mão gira o pistão sobre a barra de passo no cilindro, para dentro ou para fora, pelo que o volume no reservatório de óleo se altera (veja fig. 1). Sendo que óleo é praticamente incompressível e que com exceção da junta chapéu todas as partes são rígidas, a alteração no volume do reservatório de óleo produz uma deformação na junta chapéu e com isto uma alteração quase igual do volume $\Delta V_G$ na célula de medição. Para $\Delta V_G$ vale então a primeira vista:

$$\Delta V_G = A \cdot \Delta s \quad (1)$$

com $A = 3{,}14\ \text{cm}^2$ e $\Delta s$ = distância de deslocamento do pistão.

O percurso do pistão é mostrado a passos de 2 mm na escala fixa, os valores intermediários podem ser lidos na escala rotativa a passos de 0,05 mm.

A escala fixa pode ser deslocada após soltar os dois parafusos de fixação, a escala rotativa pode ser deslocada e girada entorno da barra de passo ao soltar os parafusos tubulares (localizados entre as posições 0 9 e 1 0 da escala).

## 6.2 Calibragem no ponto zero:

O ponto zero da escala de volume tem que ser determinado através de uma calibragem.

Para isto aproveita-se o fato que o ar, na faixa de pressão de 1 a 50 bar e a uma faixa de temperatura de 270 a 340 K, se comporta como um gás ideal (o fator gás real desvia-se em menos de 1% de 1). Por isso, à temperatura constante (por exemplo, a temperatura ambiente) é válido para dois percursos de pistão $s_0$ e $s_1$ assim como para as pressões correspondentes $p_0$ e $p_1$ do ar preso no interior

$$p_0 \cdot s_0 = p_1 \cdot s_1 \tag{2}$$

Com $s_0 = s_1 + \Delta s$ resulta após uma alteração:

$$s_1 = \frac{p_0}{p_1 - p_0} \cdot \Delta s \tag{3}$$

*Ajuste grosseiro das escalas:*

- Abrir totalmente as válvulas.
- Soltar o parafuso tubular da escala rotativa com um meio giro (a escala fica fácil de mover na barra de passo sem ter que mexer a roda de mão; ao giro autônomo se adiciona ainda a ação de um elemento de pressão amortecedora em contra.).
- Girar a roda de mão até chegar a uma resistência sensível.
- Sem mover a roda de mão, girar a escala rotativa na barra de passo até que a marca 0,0 se encontre acima e na escala fixa esteja indicado aprox. 48 mm.
- Soltar os parafusos estriados da escala fixa e movê-la para o lado, até que o traço a 48 mm se encontre exatamente sobre a linha mediana da escala rotativa (veja fig. 2).
- Apertar novamente os parafusos estriados, prestando atenção para que a escala fixa não faça pressão sobre a escala rotativa.

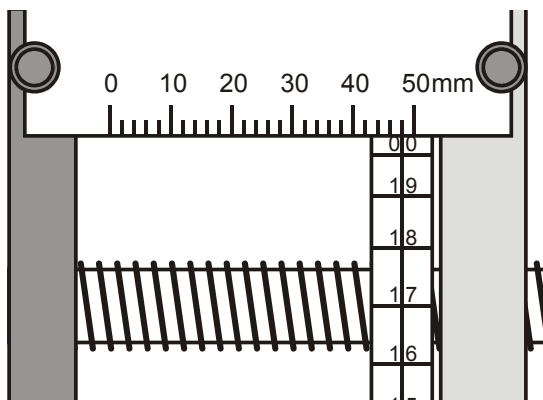



Fig. 2: indicação da posição do pistão 48,0 mm

*Correção de ponto zero:*

- Fechar a válvula reguladora (a pressão na célula de medição corresponde agora à pressão ambiente $p_0$ = 1 bar; o barômetro mostra, nos limites de precisão da medição, a sobrepressão de 0 bar).
- Girar a roda de mão para dentro, até que seja indicado 15 bar de sobrepressão (pressão absoluta $p_1$ = 16 bar).
- Ler a posição $s_1$ do pistão e calcular a partir dela o percurso de deslocamento $\Delta s = s_0 - s_1$.
- Calcular a posição zero corrigida $s_{1,\text{korr}}$ do pistão conforme Eq. 3.
- Ajustar a escala rotativa no valor corrigido e caso necessário deslocar novamente a escala fixa.
- Caso necessário soltar um pouco a roda de mão e fixar a escala rotativa com o parafuso tubular.

*Exemplo de medição:*

$p_0$ = 1 bar, $p_1$ = 16 bar, $p_1 - p_0$ = 15 bar
$s_0$ = 48,0 mm, $s_1$ = 3,5 mm, $\Delta s$ = 44,5 mm
o que resulta em $s_{1,\text{corr}}$ = 2,97 mm.

A escala rotativa deve, portanto ser deslocada de modo que em vez de 3,50 mm, agora sejam indicados 2,97 mm.

*Observação:*

Após esta calibragem de ponto zero já se obtêm resultados de medição qualitativamente corretos. Em relação a $T$ e $p$, as isotermas são também registradas de forma quantitativamente correta na faixa bifásica até o ponto crítico. Não obstante, principalmente no campo líquido, as isotermas medidas se encontram algo aberta demais.

## 6.3 Calibragem completa:

A relação exata entre o volume $V_G$ na célula de medição e a indicação $s$ na escala depende da quantidade óleo no reservatório de óleo. Além disso, o reservatório de óleo se expande proporcionalmente à pressão, o que se deve aos tubos mola no manômetro. Adicionalmente, o óleo de rícino se dilata mais do que o resto do aparelho com um aumento de temperatura, pelo que com o aumento da temperatura a pressão sobe de modo algo excessivo. Todos esses efeitos podem ser eliminados do cálculo com a correspondente calibragem com ar como gás ideal.

A equação ideal expressa:

$$\frac{p \cdot V}{T} = n \cdot R \tag{4}$$

com $R = 8{,}314 \frac{\text{J}}{\text{K mol}}$

Com isto, pode-se calcular a pressão absoluta conforme

$$p = p_e + 1 \text{ bar} \tag{6}$$

a partir da sobre pressão medida $p_e$. Para a temperatura absoluta vale:

$$T = \vartheta + \vartheta_0 \text{ com } \vartheta_0 = 273{,}15°C \quad (7)$$

O volume calcula-se segundo

$$V_G = A \cdot s \quad (8)$$

com $A = 3{,}14\ cm^2$ e o percurso "efetivo" s do pistão.

O percurso efetivo do pistão resulta do percurso $s_e$ medido do pistão, como segue:

$$s = s_e + s_0 + \beta_p \cdot p - \beta_\vartheta \cdot \vartheta \quad (9)$$

A inserção na eq. 4 resulta em:

$$\frac{p \cdot \left(s_e + s_0 + \beta_p \cdot p - \beta_\vartheta \cdot \vartheta\right) \cdot A}{\vartheta + \vartheta_0} - n \cdot R = 0 \quad (10)$$

Se forem considerados vários pontos de medição com diferentes temperaturas e pressões, assim calcula-se o termo

$$Q = \sum_{i=1}^{n} \left( \frac{p_i \cdot \left(s_i + s_0 + \beta_p \cdot p_i - \beta_\vartheta \cdot \vartheta_i\right) \cdot A}{\vartheta + \vartheta_0} - n \cdot R \right)^2 \quad (11)$$

e escolhem-se os parâmetros livres $s_0$, $\beta_P$, $\beta_\vartheta$ e $n$ para que $Q$ seja mínimo.

*Exigência complementar (comp. parágr. 8):*

1 Compressor ou bomba de bicicleta e válvula de bicicleta

1 Termostato de águas/de circulação 1008653/1008654

1 Termômetro digital de segundo de bolso 1002803

1 Sensor de imersão NiCr-Ni tipo K, -65°C a 550°C 1002804

2 Mangueiras de silicone, 1 m 1002622

1 l Agente de proteção de refrigeração com aditivos contra a corrosão para motores de alumínio (por exemplo, Glysantin® G30 da Fa. BASF)

*Execução da calibragem:*

- Conectar o termostato de circulação como descrito no parágrafo 8 e encher com água - agente protetor para refrigeração.
- Inserir a mangueira de plástico com o diâmetro de 3 mm na conexão para o gás de 1/8".
- Abrir a válvula de regulagem.
- Girar a roda de mão para fora até, por exemplo, a posição de 46,0 mm.
- Criar uma sobrepressão do ar de aproximadamente 3 a 8 bar na célula de medição com um compressor ou com uma bomba de bicicleta.
- Fechar a válvula de regulagem.
- Para o registro de alguns valores de medição, variar o volume na célula de medição ou a temperatura no termostato, esperar o equilíbrio estacionário e reduzir a pressão.
- Com um software de adaptação adequado, determinar os parâmetros $s_0$, $\beta_P$, $\beta_\vartheta$ e $n$ de modo que a soma do quadrado de erro $Q$ seja mínimo (compare eq. 11).
- Caso seja desejado, girar a escala giratória num valor $s_0$, pelo que essa correção fica desnecessária.

Com os assim determinados parâmetros é calculada a posição "efetiva" do pistão, conforme a equação 9 a partir da posição de pistão registrada $s_e$, e a partir daí, conforme a equação 8 obtém-se o volume da célula de medição calibrado.

*Exemplo de medição:*

Tabela 1: valores de medição para a calibragem

| i | $s_e$ / mm | $\vartheta$ | $p$ / bar |
|---|---|---|---|
| 1 | 40,0 | 20,0°C | 6,6 |
| 2 | 20,0 | 20,0°C | 12,4 |
| 3 | 10,0 | 20,0°C | 23,3 |
| 4 | 5,0 | 20,0°C | 41,8 |
| 5 | 3,5 | 20,0°C | 53,9 |
| 6 | 5,0 | 20,0°C | 41,8 |
| 7 | 5,0 | 10,0°C | 38,9 |
| 8 | 5,0 | 30,0°C | 45,3 |
| 9 | 5,0 | 40,0°C | 49,0 |
| 10 | 5,0 | 50,0°C | 53,5 |

Daí resulta os seguintes parâmetros:

$s_0$ = 0,19 mm, $\beta_P = 0{,}023 \frac{mm}{bar}$, $\beta_\vartheta = 0{,}034 \frac{mm}{grd}$ e $n$ = 0,00288 mol.

## 7. Preenchimento com gás de teste

### 7.1 O manuseio do hexafluorido sulfúrico:

Hexafluorido sulfúrico ($SF_6$) não é venenoso e inócuo para as pessoas. O valor MAK, a partir do qual surge o perigo de asfixia por expulsão do oxigênio é de 1000 ppm. Isso corresponde a aproximadamente 6 cargas de célula de medição por 1 $m^3$ de ar.

Não obstante, o $SF_6$ contamina muito o meio ambiente e produz um efeito de serra 24.000 vezes maior do que $CO_2$. Por isso, não se deve soltar maiores quantidades no ambiente.

## 7.2 Conexão do gás por meio de uma tubulação fixa:

Exigência complementar:

1 garrafa de gás $SF_6$ com uma torneira para gás recomendada pelo fabricante de gás ou pelo distribuidor, por exemplo, a garrafa de gás SH ILB e a válvula reguladora Y11 L215DLB180 da empresa Airgas (www.airgas.com)

1 tubulação com diâmetro externo de 1/8", e caso necessário, peças de redução, por exemplo, da empresa Swagelok (www.swagelok.com)

1 chave-inglesa SW 13, 1 chave-inglesa SW 11

Conforme os princípios básicos da "boa prática de laboratório" é recomendado ligar o aparelho de ponto crítico a uma tubulação de gás fixa, principalmente no caso de uso freqüente.

Um preenchimento começa com uma série de passagens de enxágües para retirar o ar da tubulação. O número de enxágües depende do comprimento da tubulação (mais precisamente da relação volume da tubulação/volume da célula de medição). Ao fazer isto, deve-se soltar o mínimo possível de gás $SF_6$ na atmosfera por causa da sua forte influência no efeito de serra.

*Conexão da tubulação fixa:*

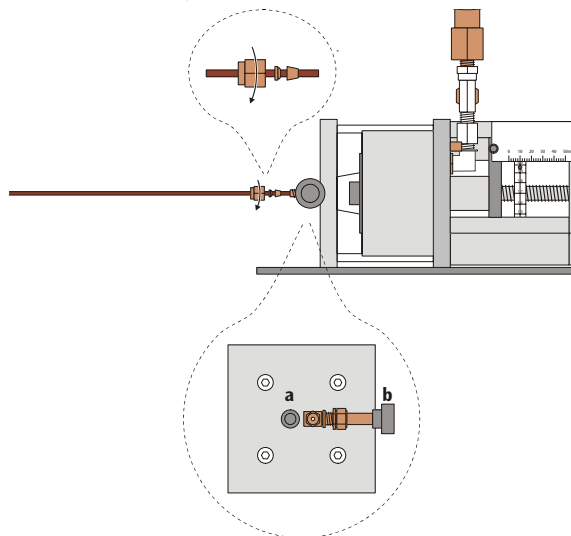



Fig. 3: conexão da tubulação fixa
(a) válvula de evacuação, (b) válvula reguladora

- Caso necessário, retirar a proteção da conexão do gás e retirar as pontas de conexão de 1/8" soltando a porca de inserção (SW 11).
- Conectar a tubulação (caso necessário com peças de redução) na torneira para gás.
- Colocar o aparafusamento tubular incluído no fornecimento sobre a tubulação começando com a porca de inserção (veja fig. 3, seqüência e direcionamento como indicada no conector de cabos!).
- Inserir a tubulação na válvula reguladora e apertar até o ponto justo em que a tubulação já não possa ser movida só com os dedos.
- Segurar a válvula reguladora com uma chave-inglesa (SW 13) e apertar a porca de inserção em mais 270°.

Agora a conexão está hermética para o gás. Ao soltar mais adiante a porca de inserção, também se deve segurar a válvula reguladora com uma chave-inglesa.

*Enxágüe para expulsar o ar:*

- Colocar o pistão na posição de 10 mm com a roda de mão.
- Abrir lentamente a válvula reguladora e deixar o $SF_6$ penetrar até que 10 bar sejam indicados.
- Fechar a válvula reguladora.
- Abrir a válvula de evacuação, até que a indicação de pressão tenha caído a quase 0 bar.
- Fechar a válvula de evacuação.

*Preenchimento com gás de teste:*

- Após pelo menos quatro enxágües, abrir a válvula reguladora até que seja indicado novamente 10 bar.
- Fechar a válvula reguladora.
- Girar novamente a roda de mão até a marca de, por exemplo, 46 mm.
- Abrir lentamente a válvula reguladora fechá-la novamente ao atingir 10 bar.

## 7.3 Preenchimento com gás com um MINICAN®:

*Exigência complementar:*

1 galão de MINICAN® com $SF_6$, por exemplo, da empresa Westfalen (www.westfalen-ag.de)

Em caso de uso esparso da aparelhagem, é mais prático utilizar gás e teste a partir de um galão de gás MINICAN®. A conexão de gás do MINICAN® é montada de maneira semelhante a uma válvula de spray comum, ou seja, ela se abre quando o MINICAN® é empurrado diretamente sobre a conexão de gás.

Também aqui, o preenchimento começa com vários enxágües para eliminar o ar preso.

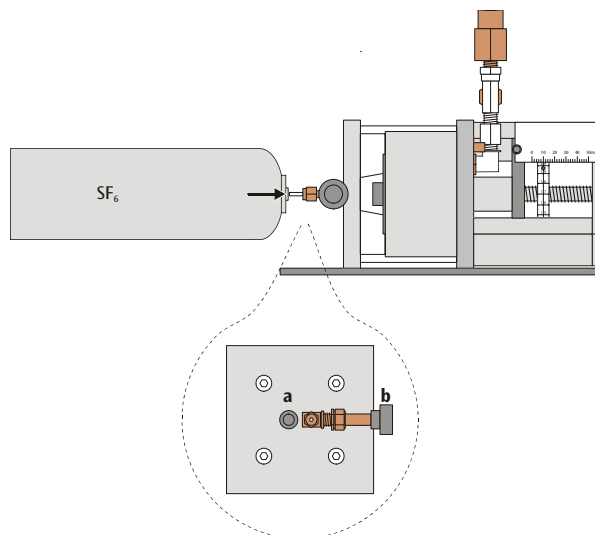



Fig. 4: preenchimento do gás de teste com um galão de gás MINICAN® (a) válvula de evacuação, (b válvula reguladora

*Enxágüe para retirar o ar:*

- Caso necessário retirar a proteção da conexão de gás.
- Levar o pistão à posição de 10 mm com a roda de mão.
- Instalar o MINICAN® com $SF_6$ na conexão para o gás depois de ter retirado a capinha protetora.
- Empurrar o MINICAN®, abrir lentamente a válvula reguladora (**b**) e deixar entrar $SF_6$, até que cerca de 10 bar sejam indicados.
- Fechar a válvula reguladora.
- Abrir um pouco a válvula de evacuação, até que a indicação de pressão tenha caído a quase 0 bar.
- Fechar a válvula de evacuação.

*Preenchimento com gás de teste:*

- Após pelo menos quatro enxágües, empurrar o MINICAN®, abrir lentamente a válvula reguladora e deixar entrar $SF_6$, até que cerca de 10 bar sejam indicados.
- Fechar a válvula reguladora.
- Girar o pistão com a roda de mão até a marca de, por exemplo, 46 mm.
- Empurrar o MINICAN®, Abrir lentamente a válvula reguladora fechá-la novamente ao atingir 10 bar.

### 7.4 Recomendação para pausas curtas:

O gás preenchido pode permanecer vários dias dentro da célula de medição.

Quando não sejam realizadas experiências, o pistão deve ser girado com a roda de mão até uma posição de pressão mínima, como por exemplo, em 46 mm.

Se houver a possibilidade o aparelho deveria ficar preenchido sempre com o líquido temperador.

## 8. Experiências

### 8.1 Montagem experimental:

*Exigência complementar:*

1 Termostato de águas/de circulação 1008653/1008654

1 Termômetro digital de segundo de bolso 1002803

1 Sensor de imersão NiCr-Ni tipo K, -65°C a 550°C 1002804

2 Mangueiras de silicone, 1 m 1002622

1 l Agente de proteção de refrigeração com aditivos contra a corrosão para motores de alumínio (por exemplo, Glysantin® G30 da Fa. BASF)

- Instalar a aparelhagem numa boa altura para a observação a célula de medição, de modo que a válvula de segurança não fique apontada para pessoas ou objetos frágeis.
- Conectar com as mangueiras de silicone a evacuação do termostato de circulação com a entrada do manto de regulação térmica e a evacuação do manto de regulação térmica com a entrada do termostato de circulação.
- Fabricar o meio temperador de duas partes de volume de água e uma parte de volume de agente protetor de refrigeração.
- Encher o termostato de circulação.

### 8.2 Observações qualitativas:

Estado líquido e gasoso, estado dinâmico na passagem entre fase, formação dos pontos de passagem a diferentes temperaturas.

- Variar o volume girando a roda de mão e a temperatura no termostato, levando em conta as indicações de segurança.
- Para uma melhor observação da superfície de separação entre líquido e gás, sacudir levemente a montagem.

Na proximidade do ponto crítico também pode ser observada a opalescência crítica: através de uma permanente mudança entre estado líquido e estado gasoso em pequenas áreas da célula de medição surge uma espécie de "névoa" e o hexafluorido sulfúrico aparece turvo.

### 8.3 Medição de isotermas em diagrama:

- Ajustar a temperatura desejada no termostato de circulação com o volume máximo.
- Diminuir gradualmente o volume na célula de medição até a posição de pistão de 10 mm, esperar a instauração do equilíbrio estacionário e ler a pressão.
- Logo, começando no menor volume possível, aumentar o volume gradualmente até a mesma posição de pistão de 10 mm, esperar a

instauração do equilíbrio estacionário e ler a pressão.

- Transformar as sobrepressões em pressões absolutas e a posição do pistão, conforme o parágrafo 6, em volumes.

Na faixa dos pequenos volumes o equilíbrio estacionário é atingido mais rapidamente na passagem de pressões altas para pressões baixas (ou seja, de um volume menor para um maior), já que a superfície de separação da fase de passagem de líquido para gasoso também se forma em todo o líquido por causa das bolhas de vapor. A instauração do equilíbrio demora de 1 a 5 min, sendo que os pontos de medição na beira da área bifásica necessitam de mais tempo.

O valor limite recomendado de 10 mm se refere a uma pressão de preenchimento de 10 bar. Em faixas de temperatura permitidas certamente ainda não há uma fase líquida acima desses valores à frente. O valor limite vai para a "direita" com pressões de preenchimento maiores.

### 8.4 Medição de isocoros em diagrama *p-T*:

- Ajustar a temperatura de saída desejada e logo o volume desejado.
- Deixar baixar a temperatura gradualmente.
- Esperar a instauração do equilíbrio estacionário e ler a indicação de pressão.

Na faixa bifásica, os pontos de medição assim medidos formam a curva de pressão do vapor.

A instauração do equilíbrio demora até 20 min após cada mudança da temperatura, já que primeiro, o banho de água e a célula de medição devem atingir a temperatura desejada.

### 8.5 Determinação da massa do gás:

*Passagem do gás da célula de medição a um saco de plástico hermético ao gás e pesagem a seguir:*

- Caso necessário retirar tubulação e montar a conexão para gás.
- Girar bastante a roda de mão, por exemplo, até 46 mm.
- Abrir um pouco a válvula reguladora e soltar o gás para o saco plástico através da conexão para gás.
- Fechar a válvula reguladora.
- Determinar a massa do gás solto levando paralelamente em conta o peso do saco vazio e o impulso do ar.
- Reduzir o volume da célula de medição até que a pressão na célula de medição tenha atingido o valor inicial.
- A partir da diferença de volume antes e depois do esvaziamento e do volume ainda presente na célula de medição, calcular a massa de gás presente inicialmente.

*Comparação com os valores da literatura:*

Com a ajuda de valores tabelados, como por exemplo, Clegg et al. [4], pode-se alternativamente calcular a massa do gás na célula de medição a partir dos valores de medição $\vartheta$, $p$ e $V$.

### 8.6 Análise:

Na figura 5 pode ser observado que com este aparelho relativamente simples obtêm-se valores que não diferem muito dos valores da literatura inscritos no diagrama.

### 8.7 Literatura:


[1,2] Sulphur Hexafluoride, texto de empresa S.27[1], 30[2] e Solvay Fluor und Derivate GmbH, Hannover, Alemanha, 2000

[3] Otto e Thomas, em: Landolt-Börnstein - Zahlenwerte und Funktionen, II Band, 1. Teil, Springer-Verlag, Berlin, 1971

[4] Clegg et al., em: Landolt-Börnstein - Zahlenwerte und Funktionen, II Band, 1. Teil, Springer-Verlag, Berlin, 1971

[5] Din, F.: Thermodynamic Functions of Gases, Vol. 2, Butterworths Scientific Publications, London, 1956

[6] Vargaftik, N. B.: Handbook of Physical Properties of Liquids and Gases, 2nd ed., Hemisphere Publishing Corporation, Washington, 1983

[7] Nelder, J. und Mead, R.: Comp. J., Vol. 7, S. 308, 1965


## 9. Armazenamento por período mais longo

Caso não estejam planejadas experiências por um período de tempo mais longo, deve-se deixar escapar o gás de teste e o pistão é levado à "posição de repouso", na qual a parte cônica da junta chapéu fica ligeiramente amassada e não aperta sobre célula de medição.

- Caso necessário deixar a aparelhagem esfriar e levar o pistão a uma posição de pressão mínima girando a roda de mão.
- Soltar o gás através da válvula de evacuação.
- Levar o pistão para a "posição de repouso a cerca de 5 mm girando a roda de mão.
- Fechar novamente a válvula de evacuação.
- Antes do armazenamento definitivo, deve-se sempre retirar o gás do óleo hidráulico conforme o parágrafo 10, isto, caso a aparelhagem tenha estado em funcionamento por muito tempo.
- Evitar a exposição direta aos raios solares durante o armazenamento.
- O meio temperador deveria ficar no aparelho, devido que os aditivos evitam a corrosão e eflorescências através de tensões eletroquímicas entre os diferentes materiais. Alternativamente o aparelho pode ser enxugado com água deionizada e seguidamente secado com ar à pressão (livre de óleo, máx. 1,1 bar).

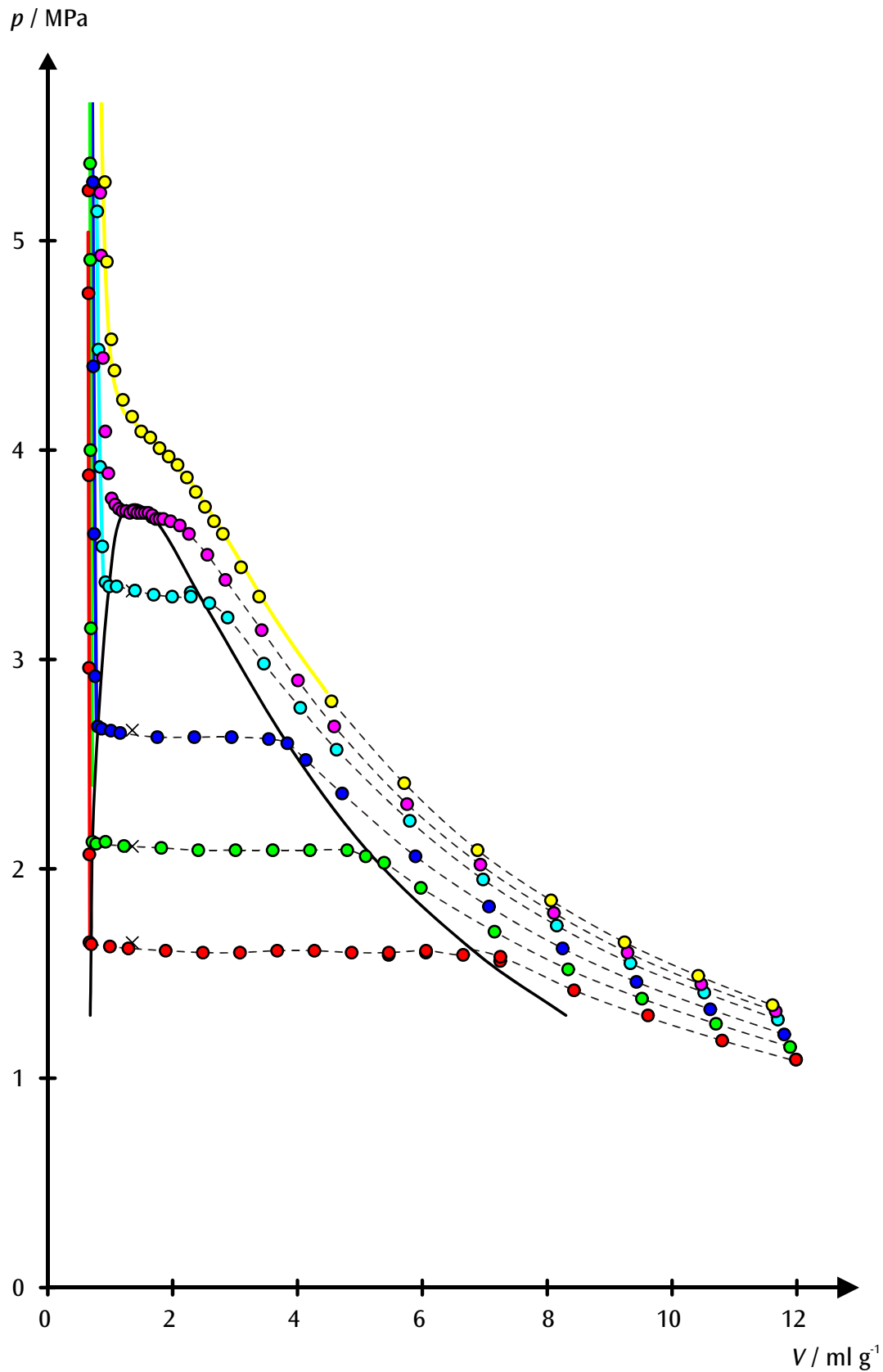



Fig. 5 diagrama *p do* $SF_6$, medido com a aparelhagem para ponto crítico
Valores de medição a 10°C (●), 20°C (●), 30°C (●), 40°C (●), 45°C (●) e 50°C (●),
(▬) Linha limite da mistura líquido-gás, (×) valores de literatura de [1] para pressão do vapor, valores de literatura de [2] para pressão de líquidos a 10°C (▬), 20°C (▬), 30°C (▬), 40°C (▬), e 50°C (▬)

## 10. Liberar o gás da hidráulica

Por causa da inevitável difusão de gás de teste pela junta chapéu, a pressão na célula de medição cai lentamente ao longo do tempo. O gás difundido pela junta chapéu se dissolve no óleo de hidráulica e não tem influência sensível nas medições.

Porém, quando o gás de teste é liberado para o armazenamento do aparelho e a pressão do óleo hidráulico sobre a pressão ambiente cai, então o gás escapa do óleo hidráulico conforme a lei de Henry e leva a um ligeiro aumento da pressão no reservatório de óleo, o qual deve ser evitado em qualquer caso se não houver uma contrapressão na célula de medição. Por esta razão o óleo de hidráulica deve ficar livre de gás.

Para eliminar o gás, o óleo hidráulico é levado à ebulição no vácuo. Já que a diferença de pressão entre os dois lados da junta chapéu não deve ser muito grande, deve-se garantir que do lado do gás encontre-se a mesma baixa pressão.

Exigência complementar:

1 Óleo de rícino de qualidade DAB p. ex.. 1002671

1 mangueira de vácuo, 6 mm de diâmetro interior
1 torneira de fechamento (ou válvula de dosagem)
1 bomba de impulso giratório

1 chave-inglesa SW 14, 1 pinça,
papel absorvente, caixa

*Armazenamento do aparelho:*

- Caso necessário deixar esfriar o aparelho e levar o pistão para uma posição de mínima pressão girando a roda de mão.
- Soltar o gás de teste pela válvula de evacuação e fechar a válvula de evacuação.
- Caso necessário desmontar a tubulação e montar as conexões para o gás.
- Soltar a escala giratória.
- Abrir a válvula regulatória.
- Girar o pistão para dentro com a roda de mão até que uma sobrepressão de 1 bar seja atingida.
- Fechar a válvula reguladora.
- Girar a roda manual em duas rotações de volta.
- Colocar o aparelho com a escala de manômetro para baixo, sendo que o manômetro se apóia numa base de aproximadamente 6 cm de espessura (veja fig. 6).

Atenção: o pistão não deve ser nunca retirado mais do que 25 mm, já que senão, nos processos seguintes o tubo de direção poderia escorregar para fora.

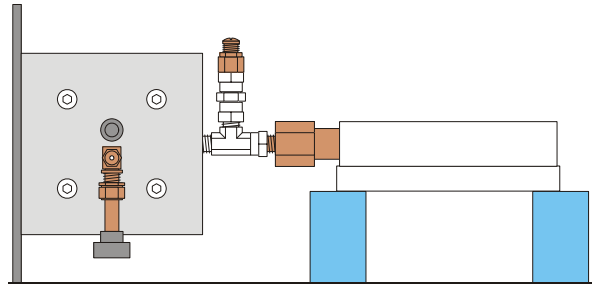



Fig. 6: posição do aparelho para o preenchimento com óleo.

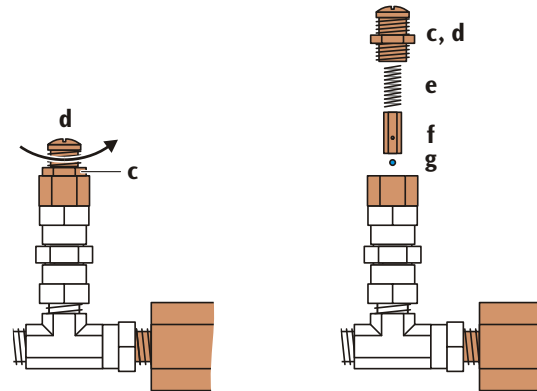



Fig. 7: desmontar a válvula de segurança.
(c) contraporca, (d) capa da válvula, (e) mola de pressão, (f) tubo de seis lados, (g) esfera de aço

*Desmontagem da válvula de segurança:*

- Soltar a contraporca (SW 14) da válvula de segurança e retirar a tampa da válvula com uma chave de fenda (veja fig. 7).
- Retirar com a pinça, um após o outro, a mola de pressão, o tubo de seis lados e a esfera de aço com a pinça e armazenar, por exemplo, numa caixa.

*Montagem do dispositivo de preenchimento com óleo:*

- Soltar a porca de inserção do dispositivo de preenchimento com óleo, tirar a capa e colocar a porca de inserção sobre a válvula de segurança (veja fig. 8).
- Não parafusar com muita força o reservatório de óleo (o anel em O não deve ser espremido para fora).
- Abrir a válvula reguladora.
- Girar a roda de mão até o fim do passo no braço (caso necessário soltar a escala) e logo girar a roda em direção contrária em 3 giros.
- Colocar papel absorvente por baixo e preencher o reservatório de óleo com óleo de rícino até a metade no máximo.
- Parafusar a capa do dispositivo de preenchimento com óleo com porca de inserção.

*Conexão da bomba de vácuo:*

- Inserir a mangueira de 3 mm de diâmetro interno sobre as conexões de gás do aparelho e nas conexões menores do dispositivo de preenchimento com óleo.

- Para conectar a bomba de vácuo, conectar uma mangueira de vácuo de 6 mm de diâmetro interno passando por uma torneira, ou melhor, uma válvula de dosagem, com as conexões maiores do dispositivo de preenchimento com óleo.

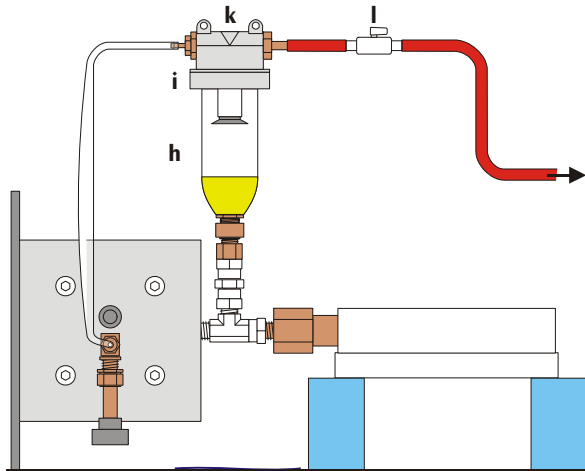



Fig. 8: montagem do dispositivo de preenchimento com óleo e conexão da bomba de vácuo (h) reservatório de óleo, (i) porca de inserção, (k) capa, (l) torneira (ou válvula de dosagem)

*Eliminação do gás:*

- Controlar se a válvula reguladora está aberta e a válvula de evacuação está fechada.
- Ligar a bomba de vácuo, abrir um pouco a torneira e observar a formação de espuma no óleo de rícino.

O processo de bombeamento deve ser interrompido fechando a torneira quando a formação de espuma for tão forte que esta chegue ao filtro que se encontra na capa. Só depois que a espuma tenha caído é que se abre a torneira novamente.

Após vários minutos (dependendo da capacidade de aspiração da bomba de vácuo conectada) a pressão de evaporação do óleo de rícino é atingida e ele entra em ebulição. Isto é reconhecível porque aparecem "do nada" bolhas de vapor que aumentam rapidamente de tamanho no seu caminho através do óleo.

Agora o óleo está suficientemente livre de gás.

- Fechar a válvula reguladora e a torneira.

*Desmontagem:*

- Tirar a mangueira de vácuo da torneira (o pedaço de mangueira que acompanha a torneira permanece no dispositivo de preenchimento com óleo).
- Para evitar um golpe de pressão abrir lentamente a torneira e esperar a compensação da pressão.
- Tirar as mangueiras de ambas as conexões do dispositivo de preenchimento com gás.
- Desparafusar o reservatório da válvula de segurança.

Sendo que o óleo de rícino é relativamente espesso ele escorre muito devagar do reservatório e esse processo pode ser executado sem dificuldades. Um pano para limpar (toalha de papel) que se coloque imediatamente após retirar o reservatório por baixo dele impede qualquer tipo de gotejamento.

- Eliminar o óleo excedente da válvula de segurança com um pano de limpar e logo girar minimamente a roda de mão até que o nível do óleo na válvula esteja exatamente à altura do ponto de apoio da esfera de aço.
- Colocar a esfera de aço, colocar sobre esta o tubo de seis lados na perfuração curta (pinça) e a mola de pressão na perfuração mais longa.
- Parafusar com cuidado (não com muita força) a capa da válvula até o fim e logo soltar em dois giros.

*Ajustar a válvula de segurança:*

- Instalar sistematicamente o aparelho de modo que a válvula de segurança não aponte para pessoas ou para objetos que possam ser danificados ou destruídos.
- Abrir a válvula reguladora, girar totalmente a roda de mão e fechar novamente a válvula reguladora.
- Girar a roda de mão para dentro até atingir uma sobrepressão de cerca de 65 bar.
- Abraçar o aparelho pela frente para pegar na válvula de segurança atrás e desparafusar lentamente a tampa da válvula de segurança, até que a pressão caia para cerca de 63 bar.
- Apertar a contraporca (SW 14).

*Posição de repouso:*

- Girar a roda de mão para trás até que a pressão caia a um máximo de 10 bar.
- Abrir a válvula reguladora e girar a roda de mão até a "posição de repouso" cerca de 5mm.
- Fechar a válvula reguladora.

Após esses trabalhos o aparelho pode ser armazenado ou preenchido novamente com gás de teste.

## 11. Cuidados e manutenção da bucha de rosca

### 11.1 Lubrificar a bucha de rosca com graxa

Aproximadamente a cada 100 ciclos (compostos de um aumento de pressão de 10 para 60 bar e da sucessiva descontração para 10 bar), ou seja, a bucha de rosca na braçadeira deveria ser lubrificada com graxa, uma vez por semana, para a diminuição do desgaste. A lubrificação dura aproximadamente 1 min e estende a vida útil da bucha consideravelmente! Para a lubrificação é propícia uma graxa clara para fins múltiplos, sem grafite ou aditivos similares.

Para isto:

- Prensar através do bico de lubrificação na braçadeira

para dentro da bucha de rosca um curso completo de pistão de uma bomba de graxa comercial.

- Limpar o excedente da graxa que saiu da bucha.

A graxa sobre-saliente também contém um pouco de desgaste de material plástico, que será eliminado desta forma.

### 11.2 Verificar a bucha de rosca.

A bucha de rosca no arco braçadeira sofre de um lento mais constante desgaste e por isso deve ser verificada uma vez por ano com respeito às folgas axiais:

- Soltar a pressão da célula de medição e colocar o pistão na posição 10 mm.
- Com um calibrador de régua determinar a distância mínima e máxima entre o flange da roda manual e a braçadeira, em isso apertar com a mão contra a roda de mão e seguidamente puxar na roda manual.

Se a diferença das duas distancias for superior a 0,3 mm, a bucha tem que ser trocada.

### 11.3 Trocar a bucha de rosca.

Exigência complementar:

1 Bucha de rosca do conjunto de juntas (1002672)

Em todo caso, após 10 anos a bucha de rosca tem que ser trocada, também se o limite de desgaste não for alcançado (em bancada de testes após 1000 ciclos, não foi verificado nenhum desgaste medível [<0,05 mm] ), porque até agora não estão disponíveis dados confiáveis sobre a estabilidade por longos períodos do plástico usado (POM-C).

- Soltar a pressão da célula de medição.
- Desenroscar a escala fixa.
- Soltar o pino de rosca na roda manual no flange da roda manual e retirar a roda manual.
- Soltar os quatro parafusos na escora transversal e desenroscar a escora transversal com a bucha de rosca da vara de rosca.
- Aparafusar o bico de lubrificação (SW 7) soltar o pino de rosca, aparafusado diagonalmente na bucha de rosca em 4 voltas com a chave hexagonal interior de 3 mm.
- Com um espigão, desde o lado da roda manual, expulsar a bucha de rosca. Ou alternativamente inserir soltamente um parafuso M14 na bucha e tirar a bucha com golpes sobre a cabeça do parafuso.
- Colocar a nova bucha de forma tal, que a furação transversal se alinhe com o bico de lubrificação.
- Prensar a bucha na morsa (com mordente plana ou um suplemento adequado).
- Aparafusar o pino de rosca (min. 6,0 mm de profundidade) e aparafusar o bico de lubrificação.

Material de bucha: POM-C = Polioximetileno Copolímero
Sobre medida (Ajuste de pressão): 0,05 – 0,1 mm.

## 12. Troca de válvula

*Exigência complementar:*

1 chave hexagonal de ângulo (SW 6)

1 jogo de juntas para 1002670 1002672
consistindo em
1 junta de borracha em forma de chapéu,
1 juntas e borracha redondas,
1 junta de borracha 78x78 $mm^2$,
4 discos de vedação de cobre
1 bucha de rosca

Principalmente quando o aparelho for exposto diretamente aos raios solares pode ocorrer após um tempo que seja necessário trocar a junta chapéu ou outras juntas.

### 12.1 Desmontagem do aparelho em partes:

- Caso necessário deixar o aparelho esfriar e levar o pistão a uma posição de pressão mínima girando a roda de mão.
- Soltar o gás de teste pela válvula de evacuação e fechar a válvula de evacuação.
- Caso necessário desmontar a tubulação.
- Abrir a válvula reguladora.
- Girar a roda de mão para fora até a posição de 25 mm.
- Inclinar o aparelho para a direita e apoiar sobre uma superfície adequada sobre a roda de mão e a aresta da placa base.
- Com uma chave hexagonal de ângulo (SW 6) soltar os quatro parafusos na placa de válvulas de forma regular e em diagonal a cada 1/8 de giro até que a armação esteja solta.
- Retirar totalmente os parafusos.
- Retirar também os discos de vedação de cobre.
- Girar a placa de válvulas à direita e à esquerda aumentando a força até que as juntas se soltem. Não girar enquanto isso a válvula reguladora.
- Retirar a placa de válvulas (a célula de medição pode ainda estar grudada na placa).
- Soltar as juntas ainda restantes entre a célula de medição e o cilindro girando de um lado para o outro novamente.
- Puxar o tubo de direção da junta chapéu girando-o.

### 12.2 Limpeza do aparelho desmontado:

O óleo de rícino pode ser eliminado com facilidade com um pouco de álcool caseiro. Mais, o manto e célula de medição de vidro acrílico são atacados por álcool. Marcas digitais e outras impurezas podem ser limpas com uma solução (suave) de água com detergente. As juntas novas também devem ser limpas com álcool e a solução de detergente.

### 12.3 Montagem do aparelho:

Caso tenha sido retirado o óleo de rícino do reservatório de óleo:

- Preencher óleo de rícino até aproximadamente 5 mm abaixo da aresta superior do cilindro (começo da descida).
- Colocar as duas juntas de silicone.
- Retirar a junta chapéu e inserir o pino no tubo de direção.
- Colocar a novamente junta chapéu, colocar a mola sobre o pistão e por o tubo de direção no pistão.
- Colocar a célula de medição na aresta do cilindro e ajustar de modo regular.
- Colocar o manto de regulação térmica sobre a segunda junta de silicone e centrar.
- Colocar a junta de borracha redonda e, com a ajuda de uma régua que se coloca sobre o manto de regulação térmica, posicionar paralelamente ao cilindro (compare figura. 9, os orifícios em meia-lua devem estar mais tarde debaixo das aberturas das válvulas).

Fig. 9: posicionamento das juntas de borracha redondas

- Colocar a placa de válvulas, centrar e posicionar paralelamente à placa base.
- Equipar os parafusos M8×40 com novas juntas de cobre de vedação e apertá-los levemente.
- Apertar os parafusos em diagonal, ao fazê-lo, verificar que há uma mesma pressão nas juntas de borracha (nas partes fortemente pressionadas a junta de borracha aparece cinza no vidro da célula de medição, enquanto que as áreas menos pressionadas aparecem leitosas).

### 12.4 Retomada da operação:

- Retirar o gás do óleo hidráulico e preencher com óleo (veja parágrafo 10).
- Ajustar a válvula de segurança (veja parágrafo10).
- Executar novamente a calibragem do volume (veja parágrafo 6).